

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

49152

Patent dodatko-
wy do patentu: _____

Zgłoszono: 19. V. 1962 (P 98 884)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 15. II. 1965

Kl. 12q, 16

MKP *CO4 C 39/20*

UKD

BIBLIOTEK.

Urząd Patentowy
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórca: wynalazku: Aleksander Markiewicz

Właściciel patentu: Zakłady Chemiczne „Oświęcim”, Oświęcim (Polska)

Sposób wytwarzania antyutleniacza do mieszanek kauczukowych

1

Kauczuki syntetyczne ulegają pod wpływem ciepła, światła, tlenu i innych czynników nieodwracalnym przemianom pogarszającym ich właściwości użytkowe. Ogół tych procesów nazwano starzeniem się kauczuku. W celu zapobiegania starzeniu stosuje się do mieszanek kauczukowych dodatki zwane antyutleniaczami. Bardzo rozpowszechnione i skuteczne antyutleniacze typu amin, na przykład fenyl- β -naftyloamina, barwią kauczuk pod wpływem światła na kolor ciemny. Do jasnych i bezbarwnych mieszanek kauczukowych stosuje się specjalne antyutleniacze niebarwiące. Należy do nich na przykład 2,6-izobutylo-parakrezol lub inne pochodne fenoli z podstawionymi grupami butylowymi lub izobutyłowymi.

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania nowego niebarwiącego antyutleniacza do mieszanek kauczukowych stanowiącego produkt kondensacji styrenu z fenolem.

Znane są wprowadzić produkty kondensacji styrenu z fenolem, jednak otrzymywane według dotychczasowych metod prowadzą do uzyskania pochodnych styrenu, które nie wykazują właściwości antyutleniacza. Związki te otrzymuje się na drodze bezpośredniej kondensacji fenolu ze styrenem, przy zastosowaniu jodowodoru jako katalizatora przez ogrzewanie masy reakcyjnej lub przez pozostawienie mieszaniny reakcyjnej na dłuższy czas w temperaturze pokojowej w obecności kwasu octowego. Z masy poreakcyjnej po oddestylowaniu w wyso-

2

kiej próżni przy wysokiej temperaturze nieprzereagowanych substratów, otrzymuje się produkt stanowiący jednopochodną styrenu czyli fenol z jedną grupą fenylloetanową.

5 Stwierdzono, że kondensacja styrenu z fenolem przebiega z większą szybkością, bez tworzenia się produktów ubocznych, jeżeli proces prowadzi się w środowisku benzenu i w obecności kwasu siarkowego jako katalizatora, w temperaturze 25–40°, przy czym po odpędzeniu benzenu otrzymuje się produkt o wysokim stopniu czystości, stanowiący mieszaninę jedno, dwu- trój pochodnych styrenu, czyli fenol zawierający jedną, dwie lub trzy grupy fenylloetanowe, w zależności od zastosowanego stosunku molowego styrenu do fenolu. Produkt ten jest doskonałym antyutleniaczem niebarwiącym, zwłaszcza gdy jest otrzymany przy najkorzystniejszym stosunku molowym styrenu do fenolu wynoszącym około 2:1.

20 Sposób według wynalazku polega na tym, że fenol rozpuszczony w dwu lub trzykrotnej ilości benzenu zadaje się przy energicznym mieszaniu stężonym kwasem siarkowym w ilości 40–60% całej ilości kwasu wynoszącej 100 g na 1 kg fenolu, a następnie ciągle mieszając wkrapla w ciągu 3–4 godzin styren w ilości 1 do 2 moli na mol fenolu i dodaje pozostałą ilość kwasu siarkowego, utrzymując temperaturę 25–40°. Po wprowadzeniu całej ilości styrenu, podwyższa się temperaturę masy reakcyjnej do 60° na przeciąg około pół godziny

i następnie przerywa mieszanie w celu odstania się kwasu siarkowego i jego odpuszczenia. Następnie ciecz poreakcyjną przemywa się wodą lub zubożoną amoniakiem i odpędza benzen wraz z zanieczyszczeniami. Większą część benzenu oddestylowuje się pod ciśnieniem atmosferycznym. W celu odpędzenia pozostałych resztek benzenu, nadmiaru styrenu, resztek wody i ewentualnie innych zanieczyszczeń, obniża się ciśnienie do 60—100 mm Hg i podwyższa się temperaturę do 100—110°. Ciekła pozostałość po destylacji jest gotowym produktem i wymaga jedynie przesączenia w celu uwolnienia od kryształów siarczanu amonowego, powstałych przy neutralizacji kwasu siarkowego.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania antyutleniacza do mieszanek kauczukowych, **znamienny tym**, że styren kon-

densuje się z fenolem w stosunku molowym 2 mole styrenu na 1 mol fenolu w środowisku benzenu, w obecności stężonego kwasu siarkowego jako katalizatora, przy czym do roztworu fenolu w benzenie wprowadza się najpierw stężony kwas siarkowy w ilości 40—60% całej ilości kwasu wynoszącej 100 g kwasu na 1 kg fenolu, a następnie ciągle mieszając wkrapla się w ciągu 3—4 godzin styren i dodaje pozostałą ilość kwasu siarkowego utrzymując temperaturę 25—40°, po czym temperaturę mieszaniny reakcyjnej podwyższa się na przeciąg 1/2 godziny do 60° i następnie przerywa mieszanie, po czym ciekły produkt kondensacji o właściwościach antyutleniacza po oddzieleniu kwasu siarkowego, zubożeniu amoniakiem albo przemywa wodą i poddaje destylacji w celu odpędzenia benzenu, nadmiaru styrenu i innych zanieczyszczeń.